

## STUDI DASAR PELAPISAN *INTERMETALLIC* Al-Fe PADA PLAT BAJA DENGAN METODE *MECHANICAL ALLOYING*

Agus Sukarto Wismogroho<sup>1</sup>, M. Ikhlasul Amal<sup>1</sup>,  
Nurul Taufiqu Rochman<sup>1</sup> dan H. Sueyoshi<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Pusat Penelitian Fisika (P2F) - LIPI

Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang

<sup>2</sup>Deptemen of Nano Structured and Advance Material, Kagoshima University  
Japan

### ABSTRAK

**STUDI DASAR PELAPISAN *INTERMETALLIC* Al-Fe PADA PLAT BAJA DENGAN METODE *MECHANICAL ALLOYING*.** Akhir-akhir ini, pemaduan mekanik atau *Mechanical Alloying* (MA) mendapat perhatian akan kemampuannya untuk membentuk pelapisan pada permukaan partikel yang berstruktur nanometer. Struktur nanometer dapat memperbaiki berbagai sifat dari material seperti kecepatan difusi, dan keuletannya. Untuk mempelajari proses perubahan struktur pelapisan menggunakan metode *Mechanical Alloying* pada suhu kamar, dilakukan pelapisan dengan bubuk Al dan Al-25at% Fe (persen atom) pada plat baja dengan menggunakan *planetary ball mill* selama 80 jam, yang diatur suhunya dibawah 50 °C. Pelapisan bubuk Al tidak diperoleh, tetapi dengan penambahan 25at% Fe pelapisan dapat diperoleh. Penambahan Fe menstimulasi kristal Al untuk lebih mudah hancur dan menempel lebih baik. Ketebalan pelapisan yang terbentuk mencapai 250 µm. Pada *Mechanical Alloying* selama 80 jam, terbentuk *amorf* dari Al-25at% Fe dan *intermetallic* Al<sub>5</sub>Fe<sub>2</sub>.

**Kata kunci :** Pelapisan, *intermetallic*, Al-25at% Fe, *mechanical alloy*

### ABSTRACT

**BASIC STUDY ON INTERMETALLIC Al-Fe COATING ON STEEL PLATE BY MECHANICAL ALLOYING METHOD.** Recently, Mechanical Alloying (MA) is becoming biggest concern because of its ability to form nano structured coating. Nano structure can improve material properties such as diffusion rate, ductility, etc. To study microstructural alteration on coating process by Mechanical Alloying at room temperature, Al and Al-25at% Fe (atomic percent) powder was coated on steel plate after 80 hours by planetary ball mill under 50°C. This experiment resulted good coating was obtained with Al-25at% Fe powder, whereas no coating was obtained using Al powder. The addition of Fe stimulated Al to be easily refined, resulting 250 µm thickness of coating. After 80 hours MA, amorphous of Al-25at% Fe and intermetallic Al<sub>5</sub>Fe<sub>2</sub> were formed.

**Key words :** Coating, intermetallic, Al-25at% Fe, mechanical alloy.

### PENDAHULUAN

Pemaduan mekanik atau *Mechanical Alloying* (MA) merupakan metode unik yang dapat membuat paduan padat super jenuh, *amorf*, metastabil dan nano *crystalline* [1-4]. Dengan metode ini dapat dikembangkan berbagai teknik yang menarik untuk aplikasi teknologi, seperti reaksi *milling* [5,6] dan *cryomilling* [7-9]

Akhir-akhir ini, *Mechanical Alloying* diterapkan untuk melakukan pelapisan. Dengan *memiling* Ti-Al menggunakan bola zirconia, dapat diperoleh lapisan Ti-Al di permukaan bola Zirconia. Demikian juga untuk Ti-Si, Fe-Al, Fe-Si [10]. Pelapisan ini terjadi karena adanya reaksi antara zirconia dengan pelapis. Sistem pelapisan lain menggunakan reaksi *mechano chemical*, ditunjukkan pada pelapisan PbO, CuO, WO<sub>3</sub> pada substrat Al. Proses penghancuran dan pencampuran menjadikan oksida tereduksi dengan Al membentuk

lapisan logam [5,6]. Meskipun energi *Gibbs* masing-masing oksida tidak jauh berbeda, tetapi kemudahan pelapisannya ditentukan oleh sifat dari kekerasan dan keuletan bahan tersebut. Dengan cara seperti ini, bisa diperoleh pelapisan sulfida dan karbida [11,12].

*Mechanical Alloying* yang membentuk struktur nanometer dapat meningkatkan sifat difusinya. Pelapisan Al/Ti-Al pada Ti substrat dapat diperoleh perubahan fasa hasil *annealing* dengan waktu yang relatif singkat [13]. Bahkan pada kombinasi *pack cementation* dengan *ball mill*, dapat diperoleh lapisan *intermetallic* Al-Fe pada suhu 440 °C hingga 600 °C dalam waktu 15 menit sampai dengan 120 menit [14,15]. *Pack cementation* konvensional memerlukan sekitar 900 °C, dengan waktu puluhan jam [16,17].

Pada umumnya, *intermetallic* memiliki sifat yang rapuh [19-22]. Namun demikian, dengan penghancuran butir kristal yang sub-mikron ukuran nanometer, dapat memperbaiki sifat fisik maupun mekaniknya [19]. Oleh karena itu metode *Mechanical Alloying* diharap dapat juga memperbaiki sifat dari lapisan yang diperoleh.

Untuk mempelajari proses pembentukan lapisan, perubahan strukturmikronya, dan sifat dari lapisan yang diperoleh pada saat *Mechanical Alloying* pada suhu kamar, maka dilakukan pelapisan Al powder dan Al-25at% Fe powder pada plat baja.

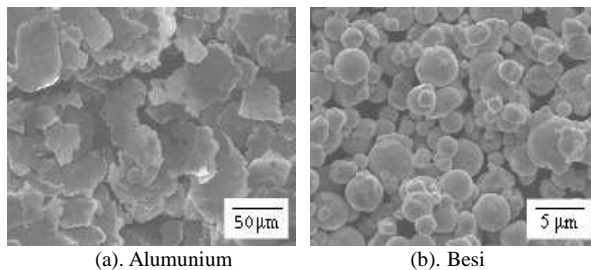
## METODE PERCOBAAN

Pelapisan dilakukan dengan menggunakan *high energy planetary ball milling* buatan LIPI Indonesia. Jar yang digunakan terbuat dari *steel chrome*. Bola *milling* yang terbuat dari *stainless steel* dengan ukuran diameter 10 mm dan 5 mm dengan perbandingan jumlah 1 : 15.

Tabel 1. komposisi plat baja

Elemen	Komposisi (at%)
Fe	96.5
C	0.84
Si	0.22
Cr	0.11
Mn	0.70
Ni	0.08
S	0.03
P	0.03
Cu	0.25

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah plat baja dengan komposisi seperti yang ditunjukkan pada Tabel 1. Plat baja yang digunakan berukuran (10x10x3) mm dan di haluskan permukaannya dengan menggunakan amplas sampai ukuran #1000. Sedangkan bahan yang dilapiskan adalah bubuk Al (99.95%) dan Fe (99,95 %) produk Merck, Co.Ltd. Komposisi bubuk pelapis yang digunakan adalah bubuk Al murni dan Al-25at% Fe. Untuk mengantisipasi kontaminasi, dilakukan *premillling*. Gambar *powder* dan plat awal ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Bahan dasar sebelum di lakukan *Mechanical Alloying*.

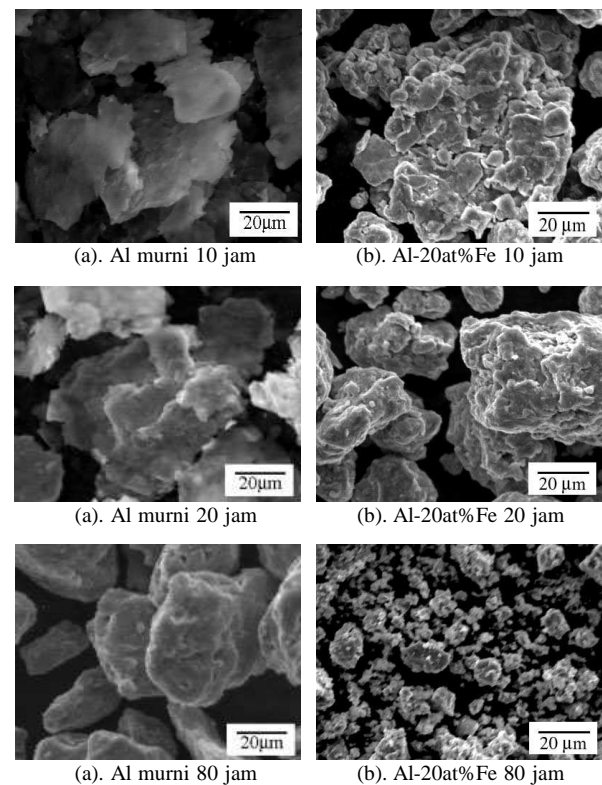
*Powder* dimasukkan dalam jar bersama-sama dengan bola *milling* dan plat baja. Perbandingan berat antara bola *milling* + plat baja dan bubuk adalah 16 : 1. Sedangkan perbandingan antara ruang *chamber* yang kosong dan yang terisi adalah 3 : 1. Proses *milling* dilakukan dalam suasana argon dengan kecepatan *milling* 150 rpm, yang diberi waktu istirahat untuk menjaga suhu *milling* diantara 30 °C hingga 50 °C. *Milling* dilakukan sampai 80 jam.

Strukturmikro analisis dilakukan dengan ESEM tipe XL30CP Philips. Analisis XRD dilakukan dengan Digital Rigaku Geigerflex XRD dengan target Cu-Kα (1,5406 Å).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

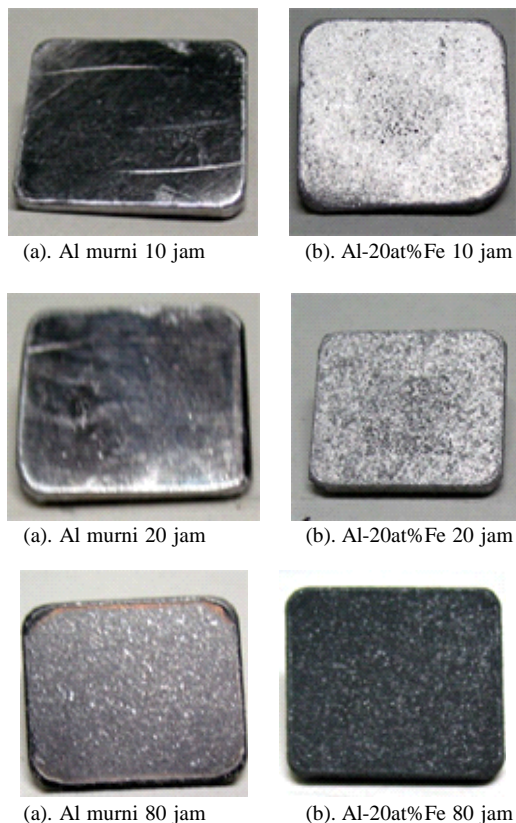
### Perubahan Struktur Bubuk Pelapis

Perubahan struktur dari partikel pelapis Al ditunjukkan Gambar 2a, Gambar 2c dan Gambar 2e. Al murni yang dilakukan *Mechanical Alloying* selama 10 jam masih terlihat sama dengan bentuk sebelum dilakukan *Mechanical Alloying*. Pada *Mechanical Alloying* selama 20 jam, partikel Al terlihat mulai hancur, meskipun masih terlihat bentuk aslinya. Pada *Mechanical Alloying* selama 80 jam, partikel Al hancur dan menggumpal. Al yang memiliki sifat liat, mudah untuk mengalami deformasi, sehingga relatif sulit untuk dihancurkan. Partikel-partikel yang menggumpal berukuran 2 µm sampai dengan 5 µm.



Gambar 2. Perubahan struktur partikel pelapis yang dilakukan *Mechanical Alloying*.

Perubahan Al-25at% Fe ditunjukkan pada Gambar 2b, Gambar 2d dan Gambar 2f. Penambahan partikel besi 25at% Fe, menunjukkan peningkatan intensitas penghancuran. Pada *Mechanical Alloying* selama 10 jam, telah terjadi penghancuran dan penggumpalan, dimana besar partikel yang menggumpal sekitar 3  $\mu\text{m}$ . Pada *Mechanical Alloying* yang lebih lama, intensitas penghancurannya semakin meningkat, dan pada *Mechanical alloying* 80 jam, partikel mencapai ukuran kurang dari 1  $\mu\text{m}$ . Hal ini disebabkan karena penambahan besi yang bersifat lebih getas, menstimulasi terjadinya penghancuran.



**Gambar 3.** Plat baja yang telah dilakukan *Mechanical Alloying*.

### Strukturmakro Permukaan Plat Setelah Dilakukan *Mechanical Alloying*

Struktur permukaan dari plat yang dilakukan *Mechanical Alloying* dengan bubuk Al murni ditunjukkan pada Gambar 3a, Gambar 3b dan Gambar 3c. Pada *Mechanical Alloying* dalam waktu pendek (10 jam dan 20 jam), permukaan asli dari plat baja masih terlihat. Hal ini menunjukkan bahwa bubuk Al belum menempel pada permukaan plat baja. Pada *Mechanical Alloying* selama 80 jam, terlihat bahwa permukaan dari plat terlihat mengalami perubahan deformasi akibat dari benturan bola-bola *milling*. Pada kondisi ini, dimungkinkan sebagian bubuk Al menempel di permukaan plat.

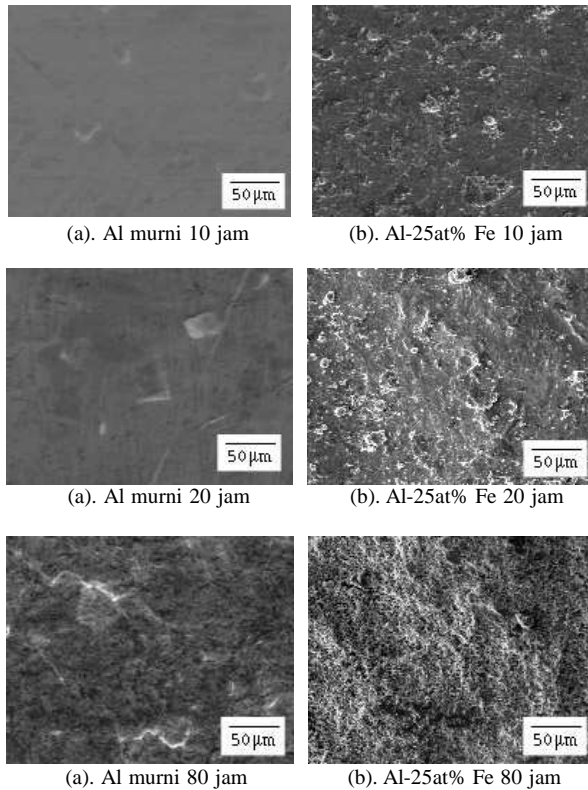
Permukaan dari plat yang dilakukan *Mechanical Alloying* bubuk Al-25at% Fe ditunjukkan pada Gambar 3b, Gambar 3d dan Gambar 3f. Pada *Mechanical Alloying* selama 10 jam, terlihat bahwa permukaan plat baja sudah mengalami pelapisan. Pada *Mechanical Alloying* selama 20 jam, terlihat adanya perubahan warna permukaan yang menunjukkan adanya peningkatan pelapisan yang cukup signifikan. Pada *Mechanical Alloying* selama 80 jam, warna permukaan plat berubah secara drastis. Hal ini menunjukkan kemungkinan adanya reaksi atau perubahan yang mendasar pada struktur partikel pelapis yang melapisi plat baja. Perubahan mengenai hal ini akan dibahas pada analisis permukaan dengan XRD.

### Strukturmikro Permukaan Plat Setelah Dilakukan *Mechanical Alloying*

Strukturmikro dari plat yang telah dilakukan *Mechanical Alloying* dengan bubuk Al murni ditunjukkan pada Gambar 4a, Gambar 4c dan Gambar 4e. Pada *Mechanical Alloying* selama 10 jam, terlihat bahwa pada permukaan plat terdapat butiran tunggal bubuk Al yang menempel di permukaan plat. Pada permukaan plat sendiri masih terlihat adanya goresan-goresan sisa dari pengamplasan awal. Hal ini menunjukkan bahwa bubuk Al belum menempel dengan baik. Penempelan butiran Al di permukaan plat dimungkinkan hanya suatu penempelan yang tidak kuat dan jumlahnya sedikit.

Pada *Mechanical Alloying* selama 20 jam, terlihat partikel Al menempel di permukaan plat. Namun demikian, pada plat masih terlihat adanya goresan hasil dari pengamplasan. Hal ini menunjukkan bahwa pada pelapisan saat itu, juga masih belum terjadi pelapisan dengan baik. Hanya terjadi adanya penempelan beberapa butiran Al yang terlihat tidak melekat dengan kuat. Pada *Mechanical Alloying* selama 80 jam, terlihat adanya perubahan struktur permukaan karena *Mechanical Alloying*. Permukaan plat terlihat mengalami deformasi yang kuat, dan dimungkinkan memiliki struktur yang lebih halus karena penghancuran dari efek *Mechanical Alloying*. Studi sebelumnya mengenai struktur permukaan pelapisan dengan menggunakan EDX menunjukkan bahwa permukaan tersebut adalah Al-42,84at% Fe hingga 17,27at% O [18]. Hal ini menunjukkan bahwa telah terjadi pelapisan pada permukaan ini.

Strukturmikro dari permukaan lapisan plat yang dilakukan *Mechanical Alloying* dengan Al-25at% Fe ditunjukkan pada Gambar 4b, Gambar 4d dan Gambar 4f. Pada *Mechanical Alloying* selama 10 jam, terlihat adanya penempelan partikel pada permukaan plat, dengan besar partikel sekitar lebih dari 10 mikron. Meskipun goresan amplas pada persiapan sampel masih terlihat, tetapi telah terjadi perubahan yang dikarenakan efek pelapisan. Pelapisan pada waktu 20 jam terlihat adanya penempelan partikel pada

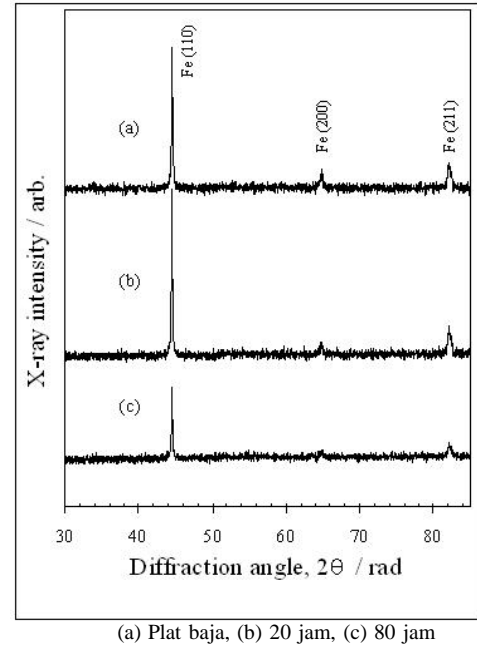


**Gambar 4.** Strukturmikro dari plat baja yang telah di MA

permukaan pelat yang lebih intensif. Besar partikel terlihat berkurang menjadi kurang dari 5 µm. Permukaan plat baja sudah tidak terlihat, hal ini menunjukkan bahwa pelapisan telah menutupi permukaan plat. Pada *Mechanical Alloying* selama 80 jam, terlihat bahwa seluruh permukaan plat sudah terlapisi. Besar partikel di permukaan kurang dari 25 µm. Penambahan Fe menunjukkan kemudahan dalam pembentukan pelapisan.

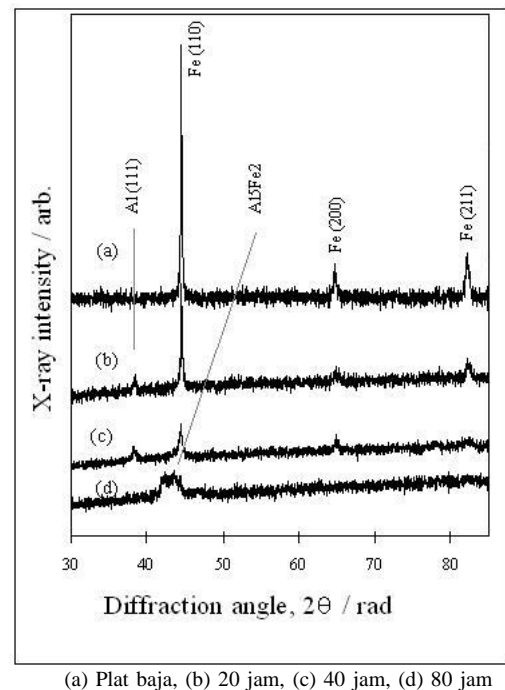
### XRD Dari Permukaan Plat Baja

XRD hasil pelapisan dengan bubuk Al ditunjukkan pada Gambar 5. Pada Gambar 5a ditunjukkan *peak* dari plat baja sebelum dilakukan *Mechanical Alloying*. Terlihat bahwa struktur Fe pada plat baja dapat di pastikan. Pada Gambar 5b dan Gambar 5c dengan penghancuran menggunakan *Mechanical Alloying* selama 20 jam dan 80 jam tidak terlihat adanya munculnya *peak* baru atau hilangnya *peak*. Namun terlihat adanya penurunan intensitas dari tinggi *peak*, yang menurun dengan semakin lama *Mechanical Alloying* yang dilakukan. Hal ini menunjukkan bahwa pelapisan dengan menggunakan bubuk Al murni dimungkinkan mengalami pelapisan bubuk Al dalam jumlah yang sedikit, yang mana pada tempat-tempat tertentu masih dapat diketemukan dengan melihat strukturmikro permukaannya, tetapi secara keseluruhan dari permukaan tersebut, pelapisan yang terbentuk tidak signifikan sehingga tidak dapat dianalisis dengan XRD. Hal ini menunjukkan adanya kesulitan dari Al untuk menempel.



**Gambar 5.** Hasil XRD dari *Mechanical Alloying* dengan bubuk Al murni.

XRD hasil pelapisan baja dengan Al-25at% Fe ditunjukkan pada Gambar 6. Gambar 6(a) menunjukkan plat sebelum dilakukan *Mechanical Alloying*. Gambar 6b, Gambar 6c dan Gambar 6d menunjukkan *Mechanical Alloying* selama 20 jam, 40 jam dan 80 jam. Dengan *Mechanical Alloying* selama 20 jam, terlihat timbulnya *peak* Al [111]. Selain pada Al [111], *peak* Al juga berhimpitan dengan *peak* Fe. Pemunculan *peak* Al menunjukkan bahwa telah terjadi pelapisan bubuk Al-Fe pada permukaan lapisan plat. Sementara itu seluruh *peak*



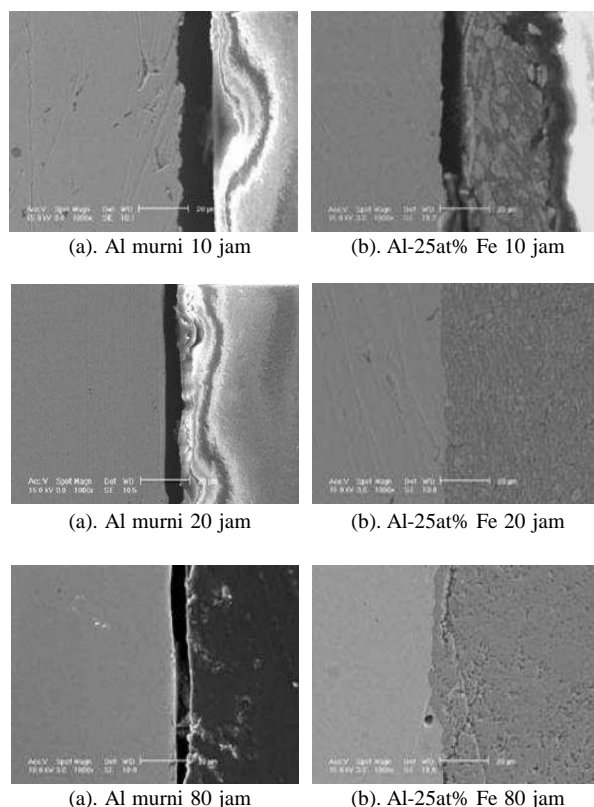
**Gambar 6.** Hasil XRD dari *Mechanical Alloying* dengan bubuk Al murni.

Fe terlihat menurun. Pada *Mechanical Alloying* selama 40 jam, tinggi *peak* terlihat menurun, sementara itu *peak* Al [111] tidak mengalami penurunan. Sedangkan pada 80jam, semua *peak* Al menghilang, *peak* Fe tersisa pada Fe [110]. Sementara itu, muncul beberapa *peak* baru yang terlihat bergabung. *Peak* tersebut adalah paduan  $\text{Al}_5\text{Fe}_2$ .

Hal ini menunjukkan bahwa Fe yang lebih getas, mengalami penghancuran terlebih dahulu. Al terstimulasi untuk hancur dengan keberadaan Fe tersebut. Namun demikian, pada *Mechanical Alloying* sampai 40 jam, penghancuran Al kurang signifikan, dibandingkan dengan Fe, yang mana intensitas *peak*nya terus berkurang. Penghancuran Fe terus terjadi mencapai level nano, sementara itu kristal-kristal Al yang lebih mudah terdeformasi akhirnya dikelilingi oleh atom Fe. Proses ini menjadikan kristal Al akhirnya hancur dan pada akhirnya membentuk paduan  $\text{Al}_5\text{Fe}_2$ .

### Pembentukan Lapisan Al-Fe

Penampang lapisan hasil *Mechanical Alloying* dengan bubuk Al murni ditunjukkan pada Gambar 7a, Gambar 7c dan Gambar 7e. Bagian kiri adalah plat dan bagian kanan adalah resin pengeras. Terlihat bahwa dalam semua waktu *Mechanical Alloying* tidak terlihat adanya pembentukan lapisan Al-Fe yang terbentuk di permukaan plat. Hal ini menunjukkan bahwa bubuk Al tidak menempel pada permukaan plat. Apabila dibandingkan dengan struktur permukaan plat yang

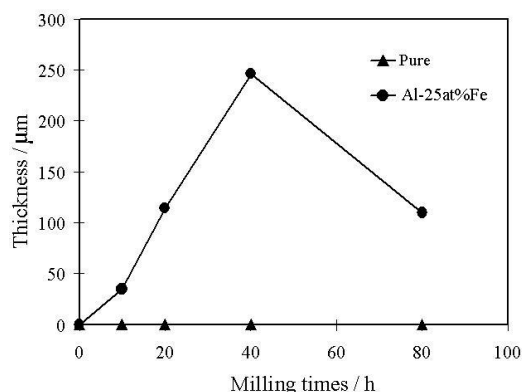


Gambar 7. Penampang lapisan hasil *Mechanical Alloying*.

dilakukan *Mechanical Alloying* selama 80 jam, permukaan plat mengalami deformasi, dan terdeteksi adanya sedikit Al. Hal ini menunjukkan bahwa penempelan bubuk Al dengan kondisi percobaan sulit terjadi.

Penampang lapisan hasil *Mechanical Alloying* dengan bubuk Al-25at% Fe ditunjukkan pada Gambar 7b, Gambar 7d dan Gambar 7f. Bagian kiri adalah plat dan bagian kanan adalah lapisannya. Pada *Mechanical Alloying* selama 10 jam, pelapisan sudah terjadi. Tetapi struktur yang terbentuk masih berupa campuran antara Fe (putih) dan Al (abu-abu) yang masih kasar. Susunan Fe dan Al yang pipih sejajar dengan lapisan, menunjukkan adanya benturan-benturan dari bola *milling*. Keberadaan bubuk Fe yang memiliki struktur kristal sama dengan plat dimungkinkan menjadikan faktor utama stimulasi penempelan campuran Al-25at% Fe pada plat. Pada waktu yang pendek, penempelan sudah terjadi, tetapi kondisi struktur yang kasar menjadikan penempelan lapisan masih lemah.

Pada pelapisan selama 40 jam terlihat butiran Al dan Fe semakin kecil, dimana Al dan Fe mulai bercampur dengan baik. Pelapisan terlihat semakin tebal dan lapisan antara plat dengan permukaan besi terlihat rekat, dan lapisannya padat. Pada pelapisan selama 80 jam, terbentuk lapisan yang homogen dan padat.



Gambar 8. Grafik ketebalan lapisan hasil *Mechanical Alloying*.

### Ketebalan Lapisan

Ketebalan lapisan hasil pelapisan Al dan Al-25at% Fe dengan *Mechanical Alloying* ditunjukkan pada Gambar 8. Pelapisan menggunakan bubuk Al tidak menunjukkan munculnya pelapisan pada permukaan plat. Pada pelapisan menggunakan bubuk Al-25at% Fe menunjukkan adanya pertumbuhan pelapisan sampai pada *Mechanical Alloying* selama 40 jam. Pada *Mechanical Alloying* 80 jam, pelapisan mengalami penurunan. Hal ini dimungkinkan karena terbentuknya  $\text{Al}_5\text{Fe}_2$  menjadikan sifat fisik yang berbeda dengan pembentuknya. Benturan bola-bola *milling* menjadikan lapisan  $\text{Al}_5\text{Fe}_2$  yang bersifat getas lebih mudah untuk retak dan mengelupas [19,20]. Oleh karena itu, untuk mendapatkan pelapisan *intermetallic* Al-Fe yang baik,

perlu modifikasi sifat dari Al-Fe, seperti dengan penambahan unsur ke tiga [21,22].

## KESIMPULAN

Pada pelapisan dengan bubuk Al, tidak diperoleh lapisan, tetapi dengan penambahan Fe, lapisan Al-Fe dapat diperoleh. Semakin meningkatnya waktu *milling*, pencampuran antara Al dan Fe, serta pelekatan antara plat baja dengan lapisan semakin baik.

Pada *Mechanical Alloying* yang panjang, dapat diperoleh lapisan *amorfe* Al dan Fe yang bercampur dengan paduan  $Al_5Fe_2$ . Pembentukan ini terjadi karena penambahan Fe yang getas dalam Al menstimulasi kristal Al yang liat untuk hancur.

Pemunculan paduan  $Al_5Fe_2$  yang getas, menjadikan lapisan menjadi retak dan mengelupas. Untuk meningkatkan efektifitas pelapisan, perlu perbaikan sifat *intermetallic* yang terbentuk.

## DAFTAR ACUAN

- [1]. C.C.KOCH, O.B.CAVIN, C.G.MCKAMEY and J.O.CARBROUGH, *Appl. Phy. Lett.*, **43** (1983) 1017
- [2]. P.H. SHINGU and K.N. ISHIHARA, *Mat. Trans., JIM.*, **36** (1995) 96
- [3]. J. SAIDA, Y. TANAKA and K. OKAZAKI, *Mat. Trans., JIM.*, **37** (1996) 265
- [4]. A.R. YAVARI, *ISMANAM-94, Mat. Sci. Forum*, (1995) 179
- [5]. LASZO TAKACS, AGHASI R. TOROSYAN, *Jurnal of Alloys and Compound* (2006), doi:10.1016/j.jalcom.2006.08.224
- [6]. A. TOROSYAN L. L. TAKACS, *Journal of Materials Science*, **39** (2004) 5491-5496
- [7]. B.L. HUANG, J. VALLONE, M.J. LUTON, *Nanostructured Materials*, **5** (4) 411-424
- [8]. M. L. LAU, H. G. JIANG, R. J. PEREZ, J. JUAREZ-ISLAS, E. J. LAVERNIA, *Nanostructured Materials*, **7**(8) 847-856
- [9]. B. HUANG, R. J. PEREZ AND E. J. LAVERNIA, *Materials Science and Engineering A*, **255** (1-2) 124-132
- [10]. KEIZO KOBAYASHI, *Materials Transactions, JIM*, Vol. **36**(20) (1995) 134-137
- [11]. L.TAKACS, *J. Solid State Chem*, **75** (1996) 125
- [12]. P. BALAZ, M. BALINTOVA, Z. BASTL, J. BRIANCIN, V.SPELAK, *Solid State Ionics*, **45** (1997) 101-103
- [13]. S. ROMANKOV, W. SHA, S.D. KALOSHKIN, K. KAEVITSER, *Surface & Coatings Technology*, **201** (2006) 3235-3245
- [14]. Z.L. ZHAN, Y.D. HE, W. GAO, *Acta Metall. Sin. (engl. Lett.)* **19**(3) (2006) 215-222
- [15]. ZHAOLIN ZHAN, YEDONG HE, DEREN WANG, WEI GAO, *Surface & Coatings Technology*, **201** (2006) 2684-2689
- [16]. M.T. KIM, J.S. JUNG, *Surface and Coatings Technology*, **161** (2002) 218-223
- [17]. M.T. KIM, N.H. HEO, J.H. SHIN, C.Y. KIM, *Surface and Coatings Technology*, **123** (2000) 227-230
- [18]. AGUS S.W., SURYADI, AGUS D., ALFIAN N., HUBBYI., ENDANG S., WAHYU B.W., DODY W., NURUL T.R., Pembentukan Lapisan Al-Fe pada permukaan Plat Besi dengan Metoda mechanical Alloying, *Proc. Seminar Nasional Tenaga Listrik dan Mekatronik* (2006) 459-464
- [19]. M. KRASNOWSKI, T. KULIK, *Intermetallics* **15** (2007) 201-205
- [20]. S. GEDEVANISHVILI, S.C. DEEVI, *Material Science and Engineering*, **A325** (2002) 163-176
- [21]. GARIMA SHARMA, R. KISHORE, M. SUDARARAMAN, R.V. RAMANUJAN, *Materials Science and Engineering A*, **419** (2006) 144-147
- [22]. ZHENG-RONG ZHANG, WEN-XILIU, *Materials Science and Engineering A*, **423** (2006) 343-349